

⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭59—97044

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>  
G 01 N 23/207  
23/223

識別記号

庁内整理番号  
2122—2G  
2122—2G

⑭ 公開 昭和59年(1984)6月4日

発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 3 頁)

⑮ 回折データ及び分光写真データの同時捕集装置

⑯ 特 願 昭58—205013

⑰ 出 願 昭58(1983)11月2日

優先権主張 ⑱ 1982年11月4日 ⑲ 米国(US)  
⑳ 439234

㉑ 発 明 者 ロナルド・ジエンキンス  
アメリカ合衆国10566 ニューヨ

ーク・ピークスキル・セコンド  
・ストリート26

㉒ 出 願 人 ノース・アメリカン・フィリッ  
プス・コーポレーション  
アメリカ合衆国ニューヨーク州  
10017 ニューヨーク・イースト  
・フオーティセカンド・ストリ  
ート100

㉓ 代 理 人 弁理士 杉村暁秀 外1名

明 細 書

1. 発明の名称 回折データ及び分光写真データ  
の同時捕集装置

2. 特許請求の範囲

1. 放射線源と、該放射線源からの放射を受け  
て前記放射線源からの回折放射及び自体から  
の蛍光放射を発生する試料と、該回折放射及  
び蛍光放射の双方を同時に捕集する比例検出  
手段と、該比例検出手段から前記回折放射及  
び蛍光放射の何れかを選択するパルス波高値  
選択手段と、前記回折放射及び蛍光放射から  
回折データ及び蛍光放出データを同時に記憶  
する計算手段とを具えることを特徴とする回  
折データ及び分光写真データの同時捕集装置。

2. 第2パルス波高値選択手段を追加すること  
を特徴とする特許請求の範囲第1項記載の回  
折データ及び分光写真データの同時捕集装置。

3. 発明の詳細な説明

本発明は物質分析における回折型データ及び分  
光写真型データの同時捕集システムに関するもの

である。特に本発明は比例検出器構体を用いて照  
射された試料から回折放射及び蛍光放射を同時に  
捕集し、その後分析のための回折放射及び蛍光放  
射の何れかを選択するようにした回折データ及び  
分光写真データの同時捕集装置に関するものであ  
る。

この比例検出器によつて入射光子のエネルギー  
に比例する出力パルス波高値を発生させる。

地球上には数百万の原子配列が存在し、これら  
原子配列の各々は夫々特定の回折パターンを有し  
ているものと推定されている。これら原子配列が多  
数であるため単一相間の類似が著しく従つて多相  
分析が著しく困難となる。

近年、分光測定及びX線回折配置を組合せるこ  
とが行われてき始めた。その理由はX線蛍光分析  
方法によつて相確認処理の手助けとなり得る追加  
の情報を提供するからである。回折データを正し  
く解明できるか、又は解明できないかは、多くの  
要因、例えば実験者の実験、未知のパターンにお  
けるデータの特性、試料の可能な組成に関する予

想概念、及び試料に関する他の情報の有効性等に依存するため、定性識別を行うのが著しく困難となる。例えば分析における大部分の問題は多層物質であり、この際定性識別の最大の問題は種々の相パターンを解明して約80000エントリーを含む純物質の標準基準パターンのファイルとの整合を行うことである。殆んどどの相は、識別の角度領域において10〜30ラインを発生し、且つこれらラインの各々が回折ビームにおいて約0.8°の半波高値幅を有するため、4〜5の相混合を行うことによつて多数のライン重疊により極めて複雑なデフラクトグラムが得られるようになる。更に機器又は試料アーティファクトによりライン拡大及びライン変位が生ずるようになる。

従来、X線回折測定及びX線分光測定を組合せる試みがエネルギー分散分光測定及び波長分散回折測定分野で特に行われている。例えば、1978年に発行されたアドバンシス イン エツクス レイ アナリシス、第21巻、第7〜21頁に記載されたアール ジェンキンスによる論文"イン

ターデイペンデンス オブ エツクス レイ デイフラクション アンド エツクス レイ フルオレセンスデータ"及び1977年に発行されたプロシーディング エイ シー エイ ワークショップ、第43〜54頁に記載されたアール ジェンキンスによる論文"ザ ロール オブ ザ エナジー ディスパーシブ ディテクタ イン エツクス レイ デイフラクトメトリー"参照。これらの従来技術に強調されているように分光写真装置及び回折測光装置を組合せることは可能であるが極めて困難である。

本発明の目的は、上述した欠点を除去し、分光写真測定及び回折測定を容易に組合せ得るようにした回折及び分光写真データを同時に捕集する装置を提供せんとするにある。

本発明回折及び分光写真データの同時捕集装置は照射される試料から特性回折光子及び蛍光光子を捕集する比例検出器を用い、これをコンピュータ制御されるプログラム可能なパルス波高値選択器に接続して放射線源からの回折1次光子又は試

料からの蛍光特性光子の何れかを選択し得るようにする。このコンピュータ制御を適宜配設して回折1次光子又は蛍光特性光子が百分の一秒でサンプルされてこれら両光子を同時に観察し得るようにする。

かように配設することにより回折及び蛍光放出データを同時に捕集し、例えばポット-フラックス サンプルの研究のような正確な分析を行う際に追加の元素データを用いるのが臨界的となる場合にこれら回折データ及び蛍光放出データを用い得るようにする。特に制御されたパルス波高値選択器によつて定量データ捕集走査中、かかる選択を行うことができ、且つ蛍光放出及び回折光子はデータ捕集の終了時のワークアップに対し種々の異なるファイルに記憶することができる。これがため、回折データのみでは完全な解析が不充分である定量相分析を行うことができる。

本発明の好適な例では第2パルス選択器を追加してパルスの波高値を交互に測定するため情報の損失は生じなくなる。

図面につき本発明を説明する。

第1図から明らかなように試料1を、表面に対する法線が1次ビームに対して角度 $\theta$ を成すゴニオメータの中心に位置させるようにした通常の回折計の試料1に放射線源2からの放射線3を照射させる。比例検出器6を1次ビームから角度 $2\theta$ の位置に配置して回折された1次光子4を捕集し得るようにする。又、蛍光特性の放射線5も同一の比例検出器6に向けるようにする。第2図に示すように比例検出器6によつて回折光子及び蛍光光子のエネルギー $E_1$ 及び $E_2$ に夫々関連する電圧パルス $V_1$ 及び $V_2$ を発生させるようにする。

第2図に示す電圧対時間グラフにおいては平均電圧レベル $V_1$ のパルスはパルス波高値 $S_1$ に対して捕集することができ、平均電圧レベル $V_2$ のパルスはパルス波高値 $S_1$ に対して捕集することができる。これらの電圧レベルによつて蛍光光子から回折光子を識別表示し且つ分離し得るようにする。コンピュータ制御され且つプログラムし得るパルス波高値選択器7を用いて放射線源からの回折光

子又は試料からの蛍光光子を選択し得るようにする。この選択は定数データ捕集走査中に行われ、且つ回折光子及び蛍光放出を異るデータファイル即ちコンピュータ10のデータファイル8及び9に記憶する。かようにして回折データ及び蛍光放出データを同時捕集することができる。

本発明は上述した例にのみ限定されるものではなく種々の変更を加えることができる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明回折データ及び分光写真データの同時捕集装置の構成を示すブロック図、

第2図は本発明によるパルス測定の様態を示す説明図である。

- |               |                |
|---------------|----------------|
| 1 … 試料        | 2 … 放射源        |
| 3 … 放射線       | 4 … 回折1次光子     |
| 5 … 蛍光特性放出    | 6 … 比例検出器      |
| 7 … パルス波高値選択器 | 8, 9 … データファイル |
| 10 … コンピュータ   |                |
- $V_1, V_2$  … 平均パルス電圧レベル  
 $S_1, S_2$  … パルス波高値。

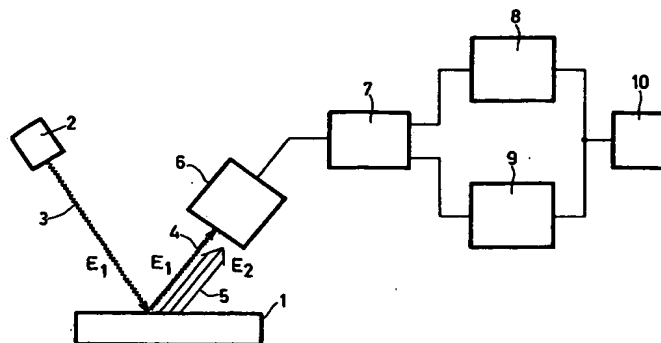


FIG.1

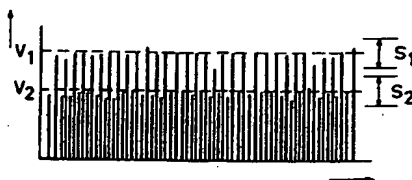


FIG.2